

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-006729

(43)Date of publication of application : 14.01.1985

(51)Int.Cl. C08G 73/12

(21)Application number : 58-113827

(71)Applicant : UBE IND LTD  
NIPPON TELEGR & TELEPH CORP  
<NTT>

(22)Date of filing : 24.06.1983

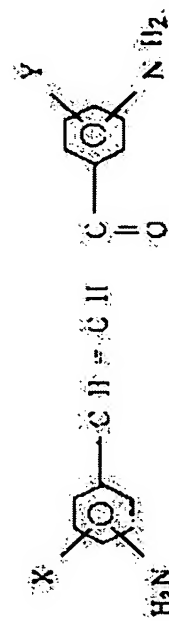
(72)Inventor : NAKANO TSUNETOMO  
YASUNO HIROSHI  
NISHIO KAZUAKI  
TANAKA HARUYORI

## (54) PHOTSENSITIVE POLYIMIDE SOLUBLE IN ORGANIC SOLVENT

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** The titled polyimide excellent in heat resistance and electrical and mechanical properties and suitable as, for example, a material for insulation films for solid elements in the semiconductor industry, comprising a polycondensate of a specified aromatic diamine with an aromatic polycarboxylic acid.

**CONSTITUTION:** An aromatic tetracarboxylic acid (dianhydride) containing at least two benzene rings (e.g., 3,3',4,4'-biphenyltetracarboxylic acid) is reacted with an aromatic diamine of the formula (wherein X and Y are each H, alkyl or alkoxy, provided that they must not be hydrogen atoms at the same time), e.g., 4'-methyl-3',4'-diaminochalcone, in substantially equimolar amounts at a temperature  $\leq$  about 100°C in an organic solvent (e.g., N,N-dimethyl sulfoxide). The produced polyamic acid solution is diluted with an organic solvent and then imidated at a temperature  $\leq$  about 100°C in the presence of an imidating agent (e.g., pyridine or acetic anhydride) to form an organic solvent-soluble photosensitive polyimide.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭60—6729

⑮ Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 08 G 73/12

識別記号

庁内整理番号  
7342—4 J

⑯ 公開 昭和60年(1985) 1 月14日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑰ 有機溶媒に可溶性の感光性ポリイミド

市原市五井南海岸 8 番の 1 字部  
興産株式会社高分子研究所内

⑱ 特 願 昭58—113827

⑲ 発 明 者 田中啓順

⑳ 出 願 昭58(1983) 6 月24日

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

㉑ 発 明 者 中野常朝

㉒ 出 願 人 字部興産株式会社

市原市五井南海岸 8 番の 1 字部  
興産株式会社高分子研究所内

字部市西本町 1 丁目12番32号

㉓ 発 明 者 安野弘

㉔ 出 願 人 日本電信電話公社

市原市五井南海岸 8 番の 1 字部  
興産株式会社高分子研究所内

㉕ 代 理 人 弁理士 羽鳥修

㉖ 発 明 者 西尾一章

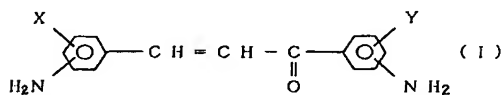
## 明 細 書

## 1. 発明の名称

有機溶媒に可溶性の感光性ポリイミド

## 2. 特許請求の範囲

少なくとも 2 つのベンゼン環を有する芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物と、下記一般式 (I) で表される芳香族ジアミン化合物との、重合化合物からなる、有機溶媒に可溶性の感光性ポリイミド。



(上式中、X 及び Y は、H、アルキル基又はアルコキシ基を示す。但し、X 及び Y の双方が H を示すことはない。)

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、有機溶媒に対する溶解性が優れた、高分子主鎖中に感光基を含有する新規なポリイミド、詳しくは、耐熱性、電気的及び機械的性質に優れ、半導体工業における固体素子への絶縁膜や

パッシベーション膜の形成材料、及び半導体の集積回路や多層プリント配線板などの層間絶縁材料等として好適な、有機溶媒に可溶性の感光性ポリイミドに関する。

半導体工業における固体素子への絶縁膜やパッシベーション膜の形成材料、及び半導体集積回路や多層プリント配線板などの層間絶縁材料は、耐熱性及び絶縁性に富むことが要請される。斯る観点から、上記のパッシベーション膜等を、絶縁性と共に耐熱性の高いポリイミドで形成することが種々提案されている (特開昭 49—115541 号公報、特開昭 54—116216 号公報、特開昭 54—116217 号公報及び特開昭 56—45915 号公報等参照)。

しかし、一般にこれらのうちポリイミドを用いたものは、溶媒不溶性で感光基を有しておらず、上述の提案においては、感光基を含有するポリマーは、何れもポリイミド前駆体であるポリアミク酸のカルボン酸をアミド化、エステル化など変性した形であり、ポリアミク酸を光硬化時にポ

## 特開昭60-6729(2)

リイミドとしたり、光硬化後ポストベークしてポリイミドとする必要がある。

また、有機溶媒可溶性のポリイミド（感光基を有しない）に、光硬化性基を有する単量体を混合して光硬化させるようにした耐熱性フォトレジスト組成物（特開昭54—109828号公報等参照）もあるが、このような組成物は、光硬化性が劣り、しかも光硬化後のポリイミドの耐熱性も充分ではない。また、耐熱性に優れている芳香族ポリイミドは、一般に溶媒に対する溶解性が劣るので、光硬化後未露光部を有機溶媒に溶解させる工程を含むレリーフパターンの形成には適さない。

また、テトラカルボン酸二無水物と光架橋性不飽和二重結合を含むジアミン化合物、例えばジアミノカルコンとを反応させて、感光性及び耐熱性に優れたポリイミドを得ることが提案されている（特開昭57—131227号公報参照）。しかし、このようにして得られるポリイミドは、感光性に優れているが、有機溶媒に対する溶解性が劣るため、溶解に長時間を要し、レリーフパター

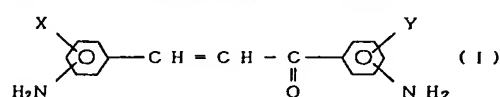
ンを形成する上で実用上の問題がある。

また、アトフカルボン酸—無水物と、不飽和結合を有する2種類のジアミン化合物とを反応させて有機溶媒可溶性の感光性ポリイミドを得ることが提案されているが（特開昭57—143329号公報参照）、このポリイミドは、側鎖に不飽和結合を有するものである。

本発明者等は、上述の現状に鑑み、耐熱性、電気的及び機械的性質に優れたレリーフパターンを容易に形成し得る、感光性ポリイミドを提供することを目的として種々検討した結果、特定の芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物と、特定の芳香族ジアミン化合物との、重縮合物からなる主鎖に不飽和結合を有する芳香族ポリイミドが、十分な感光性を有し且つ有機溶媒可溶性であり、上記目的を達成し得ることを知見した。

即ち、本発明は、上記知見に基づきなされたもので、少なくとも2つのベンゼン環を有する芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物と、下記一般式（I）で表される芳香族ジアミン化合物と

の、重縮合物からなる、有機溶媒に可溶性の感光性ポリイミドを提供するものである。



（上式中、X及びYは、H、アルキル基又はアルコキシ基を示す。但し、X及びYの両方がHを示すことはない。）

本発明のポリイミドは、感光性を有し、耐熱性を有する芳香族ポリイミドを使用しているので、画像形成後にイミド化工程が不要であり、従来の非感光性ポリイミドのように画像形成用の別のフォトレジスト（光硬化性物質）を必要とせず、また酸成分が少なくとも2つのベンゼン環を有する芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物で、ジアミン成分が前記一般式（I）で表される芳香族ジアミン化合物であり、ジアミン成分中のベンゼン環に置換基（アルキル基又はアルコキシ基）が導入させているため、バルキーとなり且つ直鎖構造が乱されるので、従来の感光性を有するポリ

イミドに比して有機溶媒に対する溶解性に優れ、また主鎖に不飽和結合を有するので、高い感光性を有している。従って、本発明のポリイミドはレリーフパターンの形成に好適なものである。尚、ピロメリット酸二無水物のようなベンゼン環を1つしか有さない芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物から得られるポリイミドは、有機溶媒に不溶であり、レリーフパターンの形成には適さない。

また、本発明のポリイミドは、感光性ポリアミック酸（ポリイミド前駆体）のように画像形成後イミド化工程を必要としないために、工程の簡略化のみならず、素子への熱的影響や収縮による歪や応力を与えることがないなどの多くの優れた効果がある。

以下に本発明の感光性ポリイミドについてその合成法と共に詳述する。

本発明の感光性ポリイミドは、特定の芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物と、前記一般式（I）で表される芳香族ジアミン化合物とを重

合してポリアミク酸となし、更に該ポリアミク酸を脱水閉環する（イミド化）ことにより合成されるもので、ポリイミド 0.5 g / N-メチル-2-ピロリドン 100 ml の濃度の溶液として 30℃ において測定した対数粘度が 0.1~1.5 特に 0.2~1.0 の範囲内にあるものが好ましい。

本発明の感光性ポリイミドの合成に用いられる、少なくとも 2 つのベンゼン環を有する芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物としては、具体的には 3, 3', 4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸、またはその二無水物、2, 2', 3, 3'-ビフェニルテトラカルボン酸、またはその二無水物及び 2, 3, 3', 4'-ビフェニルテトラカルボン酸、またはその二無水物、2, 3, 3', 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸、またはその二無水物、3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸、またはその二無水物などがあげられ、上記テトラカルボン酸のエステル化物、塩などでもよい。

また、本発明の感光性ポリイミドの合成に用い

### 特開昭60-6729 (3)

られる、前記一般式 (I) で表される芳香族ジアミン化合物において、X 及び Y で示される好ましいアルキル基としては、メチル、エチルがあげられ、又、好ましいアルコキシ基としてはメトキシ、エトキシがあげられ、X 及び Y がそれ以上の長鎖のアルキル基又はアルコキシ基では立体障害のため重合を阻害する惧れがある。

従って、前記一般式 (I) で表される芳香族ジアミン化合物としては、具体的には次のものをあげることができるが、それらに限定されない。

4'-メチル-3', 4-ジアミノカルコン、3-メチル-3', 4-ジアミノカルコン、4'-ジメチル-3', 4-ジアミノカルコン、4'-メトキシ-3', 4-ジアミノカルコン、3-メトキシ-3', 4-ジアミノカルコン、3, 4'-メトキシ-3', 4-ジアミノカルコン。

本発明の感光性ポリイミドの合成について更に詳述すると、合成する際の前記芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物と前記芳香族ジアミン化合物との使用割合は略等モルであり、それらの

合成反応は、比較的低温下に、先ず重合反応を行わせ、次いでイミド化反応を行わせる二段階反応によるのが好ましい。

即ち、先ず、有機溶媒中で 100℃ 以下、好ましくは 80℃ 以下の反応温度で 1~48 時間重合反応を行い、次いで、この重合反応によって得られるポリアミク酸溶液を有機溶媒で希釈した後、100℃ 以下、好ましくは 80℃ 以下の反応温度で無水酢酸、ピリジン、第 3 級アミンなどのイミド化剤を加えて 0.5~5 時間イミド化反応を行うのが好ましく、その結果本発明のポリイミドが合成される。

上記重合反応及び上記イミド化反応における有機溶媒としては、例えば N, N-ジメチルスルホキシド、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジエチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、N, N-ジエチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン、ヘキサメチルホスホアミドなどが用いられる。

尚、本発明のポリイミドは、前記芳香族テトラ

カルボン酸またはその二無水物と前記芳香族ジアミン化合物とを有機溶媒中で 100℃ 以上の高温において一段階で重合・イミド化反応を行うことによっても合成することができるが、前述の如く、二段階で行うことにより、安定した生成物を得ることができる。

本発明のポリイミドの合成に用いられる前記一般式 (I) で表される芳香族ジアミン化合物は、新規化合物であり、その好ましい合成法としては、例えば、先ずニトロベンズアルデヒド又はニトロアルキル（若しくはアルコキシ）ベンズアルデヒドと、ニトロアルキル（若しくはアルコキシ）アセトフェノンとを反応させ、ベンゼン環にアルキル基（若しくはアルコキシ基）を導入したジニトロカルコンを合成し、次に、上記ジニトロカルコンを還元することによって目的とする芳香族ジアミン化合物を合成する方法をあげることができる。

而して、本発明の感光性ポリイミドは、レリーフパターン形成材料として使用する場合、有機

溶媒に溶解された溶液として用いられる。この有機溶媒としては、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジエチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、N, N-ジエチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルスルホキシド、ヘキサメチルホスホアミドなどをあげることができ、感光性ポリイミド溶液の好ましい濃度は5~30%である。

また、上記の感光性ポリイミド溶液に、必要に応じ、増感剤及び光重合開始剤やエチレン性不飽和基を有する光により重合可能な化合物を添加させることができる。

上記増感剤及び光重合開始剤としては、ミヒラズケトン、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、2-ヒープチルアントラキノ、1, 2-ベンゾ-9, 10-アントラキノ、4, 4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン、アセトフェノン、ベンゾフェノン、チオキサント、1, 5-アセナフテン、N-アセチ

#### 特開昭60-6729(4)

ル-4-ニトロ-1-ナフチルアミンなどをあげることができ、またその添加量は感光性ポリイミド100重量部に対して0.1~10重量部が好ましい。

また、上記エチレン性不飽和基を有する光により重合可能な化合物としては、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トルメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、テトラメチロールメタンテトラ(メタ)アクリレート、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリレート、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレートなどをあげることができる。

本発明の感光性ポリイミドによれば、上記の如く感光性ポリイミド溶液を調整することにより次のようにしてレリーフパターンを形成することができる。

即ち、まず、上記の感光性ポリイミド溶液を基板上に塗布し、これを乾燥して有機溶媒を除去する。

基板への塗布は、例えば回転塗布機で行うことができる。塗布膜の乾燥は150℃以下、好ましくは100℃以下で行う。この際減圧はしてもしなくてもよい。乾燥後、塗布膜にネガ型のフォトマスクチャートを置き、紫外線、可視光線、電子線、X線などの活性光線を照射する。次いで未露光の部分を現像液で洗い流すことによりポリイミドのレリーフパターンを得る。上記の現像液としては、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチル-2-ピロリドン、ヘキサメチルホスホアミドなどの溶剤又は該溶剤とメタノール、エタノールとの混合系を用いることができる。

上述の如く、本発明の感光性ポリイミドは、酸成分が少なくとも2つのベンゼン環を有する芳香族テトラカルボン酸またはその二無水物で、ジアミン成分が前記一般式(1)で表される芳香族ジアミン化合物である重合合物であるから、ポリマーの主鎖中に感光基(光重合可能な基)を有し、且つ有機溶媒に対する溶解性が優れており、その

ため、光化学的手段によってレリーフパターンを容易に形成することができ、そして、レリーフパターンを形成する場合、本発明のポリイミドは、感光性を有し、ポリイミドの耐熱性を保持するために、従来の非感光性ポリイミドのように、画像形成用の別の光硬化性物質を特に必要とせず、また、感光性ポリイミド(ポリイミド前駆体)のように画像形成後イミド化工程を必要としないため、工程の簡略化のみならず、素子への熱的影響や収縮による歪や応力を与えることがないなどの多くの優れた効果がある。しかも、本発明の感光性ポリイミドにより形成したレリーフパターンは、耐熱性、電気的及び機械的に優れたものであり、半導体工業における固体素子の絶縁体膜やパッシベーション膜として有効であるばかりでなく、ハイブリッド回路やプリント回路の多層配線構造の絶縁膜やソルダーレジストとして用いることができる。

以下に、本発明の感光性ポリイミドの合成に用いられる芳香族ジアミン化合物の合成例、本発明

の感光性ポリイミドの合成を示す実施例及び本発明の感光性ポリイミドの効果を示す種々の物性試験及びその結果を、比較例と共に挙げる。

#### 合成例 1

4'-メチル-3', 4-ジアミノカルコンの合成

P-ニトロベンズアルデヒド 10.1 g (0.067 モル) と 3-ニトロ-4-メチルアセトフェノン 12.0 g (0.067 モル) をエタノール 800 ml に溶かした溶液中に、水酸化ナトリウム 2.68 g (0.067 モル) を水 27 ml に溶かした溶液を室温で 35 分間で滴下して加えた。一夜攪拌後、濾別し、乾燥し、得られた結晶を無水酢酸で再結晶し、9.0 g (収率 43%) の 4'-メチル-3', 4-ジニトロカルコンを得た。

次に、塩化第 1 スズ (無水) 16.3 g (0.086 モル)、濃塩酸 43 ml 及び氷酢酸 12.9 ml の溶液を 30℃ まで加熱し、これに上記ジニトロ化合物 3.36 g (0.011 モル) を 20 分間で加えた。更に 80℃ に昇温して 2 時間攪拌し、一夜放置後

溶液を 30℃ まで加熱し、これに上記ジニトロ化合物 14.6 g (0.045 モル) を 30 分間で加えた。更に 80℃ に昇温して 2 時間攪拌し、一夜放置後濾別した。濾集物を水 300 ml に溶かし、アンモニア水 200 ml で中和すると白色沈澱が析出した。濾別後、濾集物を乾燥し、アセトン 200 ml でソックスレー抽出し、抽出液をエバポレータで濃縮し、キシレンで再結晶し、7.42 g (収率 62%) の黄色結晶の目的物を得た。

#### 実施例 1

N-メチル-2-ピロリドン (NMP) 8.4 ml に 2, 3, 3', 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物 1.156 mg と 4'-メチル-3', 4-ジアミノカルコン 992 mg を加え、30℃ で 24 時間攪拌して反応させポリアミミック酸を得た。

次に、このポリアミミック酸に NMP 31.4 ml を加え希釈したのち、無水酢酸 8.02 g、ピリジン 3.11 g、ベンゼン 6.1 ml 及び NMP 5.2 ml を加え、50℃ で 2 時間反応させポリイミド化物を得た。

#### 特開昭 60-6729 (5)

濾別した。濾集物を水 200 ml に溶かし、アンモニア水 5.0 ml で中和すると白色沈澱が析出した。濾別後、濾集物を乾燥し、アセトン 150 ml でソックスレー抽出し、抽出液をエバポレータで濃縮し、1.53 g (収率 56.3%) の微黄色結晶の目的物を得た。

#### 合成例 2

4'-メトキシ-3', 4-ジアミノカルコンの合成

P-ニトロベンズアルデヒド 15.1 g (0.1 モル) と 3-ニトロ-4-メトキシアセトフェノン 19.6 g (0.1 モル) をエタノール 2000 ml に溶かした溶液中に、水酸化ナトリウム 3.8 g (0.095 モル) を水 35 ml に溶かした溶液を室温で 40 分間で滴下して加えた。一夜放置後、濾別し、乾燥し、得られた結晶を無水酢酸で再結晶し、20.9 g (収率 64%) の 4'-メトキシ-3', 4-ジニトロカルコンを得た。

次に、塩化第 1 スズ (無水) 67.5 g (0.086 モル)、濃塩酸 178 ml 及び氷酢酸 53.4 ml の

ポリイミド化物溶液中にメタノールを滴下して加え、ポリイミドを析出させ濾別して、黄色のポリイミド粉末 (本発明のポリイミド) を得た。

#### 実施例 2

NMP 9.1 ml に 2, 3, 3', 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物 1220 mg と 4'-メトキシ-3', 4-ジアミノカルコン 1110 mg を加え、30℃ で 24 時間攪拌して反応させポリアミミック酸を得た。

次に、このポリアミミック酸に NMP 34.1 ml を加え希釈したのち、無水酢酸 8.45 g、ピリジン 3.23 g、ベンゼン 6.6 ml 及び NMP 5.7 ml を加え、50℃ で 2 時間反応させポリイミド化物を得た。

ポリイミド化物溶液中にメタノールを滴下して加え、ポリイミドを析出させ濾別して、黄色のポリイミド粉末 (本発明のポリイミド) を得た。

#### 実施例 3

NMP 9.0 ml に 3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物 1256 mg と 4'

—メトキシ—3', 4—ジアミノカルコン1044mgを加え、30℃で24時間攪拌して反応させポリアミックス酸を得た。

次に、このポリアミックス酸にNMP 33.6mlを加え希釈したのち、無水酢酸7.95g、ピリジン3.04g、ベンゼン6.5ml及びNMP 5.6mlを加え、50℃で2時間反応させポリイミド化物を得た。

ポリイミド化物溶液中にメタノールを滴下して加え、ポリイミドを析出させ濾別して、黄色のポリイミド粉末（本発明のポリイミド）を得た。

#### 物性試験

上記実施例1～3で得たポリイミドについて下記(1)～(6)の物性試験を行い下表に示す結果を得た。

##### (1) ポリイミドの粘度

ポリイミド 0.5g NMP 100mlの濃度のポリイミド溶液を30℃で対数粘度を測定した。

##### (2) ポリイミドの成膜性

厚さ約10μmのポリイミドフィルムをガラス板上に作成し、これを水に浸して剥離し、180°

#### 特開昭60-6729(6)

に折り曲げ、クラックのない場合を○、クラックありを△、製膜時にクラックの生じるものを×とした。

##### (3) ポリイミドのNMPに対する溶解性

常温においてNMPに対するポリイミドの溶解度(wt%)を測定した。

##### (4) ポリイミドフィルムの溶解性

ポリイミドのNMP 10%溶液から作成した厚さ約10μmのポリイミドフィルムを室温でNMP中に浸漬し攪拌し、該フィルムが溶解するまでの時間で溶解性を測定した。

##### (5) 熱分解開始温度

理学電気御製差動熱天秤TG-DSCにより、重量減の開始温度を測定した。

##### (6) 光硬化特性

ポリイミドのNMP 10%溶液をガラス板上に回転塗布機(2000～5000rpm)を用いて塗布し、圧力1～2mmHgの減圧下、50℃で5時間乾燥して数μmの厚さ(下表参照)の薄膜を作成し、この薄膜について下記の光感度及び解像力の試験に供

した。

##### ① 光感度

上記薄膜を、超高圧水銀灯(ジェットライト2kW)を用いて、照度7.2mW/cm<sup>2</sup>(350mμ)で照射して光硬化させ、光硬化する迄の光照射量(J/cm<sup>2</sup>)を測定した。

##### ② 解像力

上記薄膜についてテストチャートとして凸版印刷製ネガ型テストチャート(トッパンテストチャートN、最小線巾0.98±0.25μ)を用いてレリーフパターンを形成し、パターンの良否を判定した。

感光性 ポリイミド	対数 粘度 (30℃)	成 膜 性	N M P に 対 する 溶 解 性 (wt%)	フ ィ ル ム の 溶 解 性	熱 分 解 開 始 温 度 (℃)	光硬化特性		
						光感度		解 像 力
						膜 厚 の さ (μ)	光 照 量 (J/cm <sup>2</sup> )	
実施例1	0.78	○	20.0	40秒	370	1.2	2.0	良
実施例2	0.55	○	20.0	1分	350	1.2	2.0	良
実施例3	1.22	○	15.0	3分	360	1.5	1.0	良

##### 比較例1

NMP 8.5mlにピロメリット酸二無水物976mgと4'—メトキシ—3', 4—ジアミノカルコン1200mgを加え、30℃で5時間攪拌して反応させポリアミックス酸を得た。

次に、このポリアミックス酸にNMP 31.8mlを加え希釈したのち、無水酢酸9.13g、ピリジン3.49g、ベンゼン6.3ml及びNMP 5.3mlを加え、50℃で2時間反応させポリイミド化物を得た。

ポリイミド化物溶液中にメタノールを滴下して加え、ポリイミドを析出させ濾別して、黄色のポリイミド粉末を得た。

得られたポリイミドはNMPに不溶であり、従って、このポリイミドでの光感度、解像力は測定不能であった。